

粉末冶金法による工芸用新素材の開発 — 鉄-炭素系焼結合金の内部摩擦におよぼす錫添加の影響 —

横 田 勝・高 瀬 朗*・永 井 宏**

(平成8年6月28日受理)

要 旨

炭素を0.003mass%から0.030%まで含有するFe-C系焼結体の内部摩擦(Q^{-1})におよぼす錫添加の影響について、Snが20%までの範囲内で実験と検討を行った。得られた主な結果は次の通りである；

- (1) Fe-C 2 元系焼結体で典型的なSnoekピークが温度依存性内部摩擦曲線上で観察された。このピーク高さは、C量が単調に減少するにもかかわらず、Sn2%まではSn添加量の増加とともに増大し、Sn量がこれを越えると、逆にSn量の増加とともに減少した。
- (2) 上記ピークに相当する緩和の活性化エネルギーを共振周波数とピーク温度との関係から求めた結果、Fe-0.007%C焼結体では83.3kJ/molとなり、C.A.Wertによる結果と一致し、これは α -Fe中のCの拡散による緩和と考えられる。一方、Fe-0.004%C-2%Sn焼結体ピークの活性化エネルギーは45.6kJ/molとなった。この値は石田らが報告した α -Fe中Snの粒界拡散の活性化エネルギー値ならびにBoasらが報告した、Snの自己拡散活性化エネルギー値に比較的良好一致する。したがって、Fe-C-Sn系焼結体に現れる内部摩擦の高いピークはCの拡散、ならびにSnの拡散による複合緩和に基づくものと思われる。

キーワード

Fe-C焼結合金、Fe-C-Sn焼結合金、温度依存性内部摩擦、炭素のスネークピーク、Snの拡散緩和ピーク、CおよびSnの拡散複合緩和

1 緒 言

従来、工業用材料として用いられていた純金属や合金が装飾品としての美しさ、特長的な音色を発するなど、その特性を生かして工芸品に適用される傾向が出てきている。その例を2・3挙げると、1、アルミニウム合金の結晶粒粗大化とその装飾性、2、純チタンの電気化学的処理による表面加飾、3、貴金

属粉末と可塑材の混合物を用いた貴金属粘土等多くの工芸用素材が開発されている。今後この様な従来の工業用金属材料が工芸用素材として開発・利用されて行くものと考えられる。

この様な趨勢に従って、本研究では従来の工業用鋼として多用されている鉄-炭素系合金の粉末冶金法による合金化を図り、さらに第3合金元素としてSnを添加したFe-C-Sn 3

元系合金の音響材料としての特性を検討することを目的とした。

本来、Fe系焼結機械部品は自動車工業を中心として多く用いられているが、機械部品に要求される諸性質のうち、騒音、防振対策として、これらの発生源となる機械部品を吸振性の高い材料を使用することにより、解決しようとの試みがなされており、騒音、防振性の立場からFe系焼結体自身の内部摩擦に関する研究が比較的によく報告されている(1-8)。

著者らはFe系焼結体に内部摩擦が高いPbを溶浸させた防振合金の研究を進めてきたが(8-11)、骨格体となるFe側に合金元素を添加することによって材質を強化することも試みている。したがって、今回はFe側の強化合金元素としてSnを取り上げ⁽¹²⁻¹³⁾、C量が既知のFe-Sn系焼結合金の内部摩擦特性におよぼすSn含有率の影響、ならびにそれらの温度依存性について実験と検討を行った。

2 試料ならびに実験方法

本実験に用いた原料Fe粉は-100メッシュの噴霧粉(株神戸製鋼所製、アトメル300M)であり、その不純物成分ならびに粒度分布などの粉末特性値をTable1に示す。一方、合金成分としてのSn粉は純度が99.97%(以後、断わりの無い限り、mass%で表示する)で、粒

度が-300メッシュの噴霧粉を用いた。焼結体中Snの含有率は20%までとし、これら両粉末を所定量混合した後、成型圧力がすべて一定の245MPaで長さ100mm、幅10mm、厚さ0.7~4.0mmの平板状圧粉体を作製した^(注)。

(注) ここで、Sn含有率が20%までの範囲内で成型した圧粉体は空隙率が18-20%の範囲内でSn含有率が高いものほど空隙率は低下する傾向があったが、著者らの別の実験(未発表)で、焼結における昇温中の寸法変化はSn含有率に応じて大きな変化を示すが、1273Kで18ks焼結したものは、空隙率がほとんど一定の18%と見なすことが出来る。

なお、圧粉に際して型潤滑剤としてステアリン酸Znをダイス壁に塗付した。またC量については、焼結雰囲気を精製水素気流(酸素分圧、 4.21×10^{-24} Pa)とし、試料台に黒鉛板および焼結アルミナ板を用いて浸炭量を変化させた。焼結体の炭素分析は、助燃剤としてSn粒を用いて電量法(クーロマチック-C)により、窒素分析は不活性ガス搬送熱伝導法(Leco社 RH-1E型)を採用した。

焼結温度および焼結時間はそれぞれ一定の1273Kおよび18ksとした。このような条件のもとで焼結した試料を炉内の高温部から冷却部に引出し、約6K/sで冷却した。内部摩擦

(a) Chemical composition (mass%)

C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	H ₂ loss	HCl-inso.
0.0017	Trace	0.21	0.08	0.016	Trace	Trace	0.14	0.08

(b) Particle size in mesh (mass%)

Mesh	+80	+100	+150	+200	+250	+350	-350
Mass%	0.6	5.4	19.3	23.8	10.1	13.8	23.8

Table 1 Characteristics of Fe powder used in the present experiment.

測定には、電磁式横振動法を採用した。試料表面の最大歪み振幅(ϵ_{\max})の測定に関しては、試料を共振状態に保ちながら、試料の一端における変位量(2h)を約150倍の目盛り付き顕微鏡で直接読み取り、試料の厚さ(d)および長さ(ℓ)を実測して次式を用いて算出した⁽¹⁴⁾。

$$\epsilon_{\max} = \pi^3 h d / 4 \ell^2 \quad \dots (1)$$

内部摩擦(Q^{-1})については、室温から433Kまでの範囲内で ϵ_{\max} を歪み振幅非依存領域内の 2.0×10^{-6} の一定とし温度依存性 Q^{-1} を測定した。試料温度については、熱電対として銅コンスタンタン(JIS:T)を用い、その先端部を10mmx10mmx1mmのFe焼結体に接合させ、被検試料の約1mm下方に固定して測定した。また試料と温度測定用Fe焼結体の間に温度差が生じないように、昇温速度が平均0.05K/sとなるようにした。

なお、共振周波数(fr)は試料の厚さを0.7~4.0mmとして300.8~1672.0Hzの範囲内で変化させた。

3 実験結果ならびに考察

焼結試料台としてそれぞれ黒鉛板および焼結アルミナ板を用いた場合におけるFe-C, Fe-C-2%Sn, Fe-C-5%Sn およびFe-C-12%Sn焼結体中のCならびにN分析値をTable2に示

す。焼結試料台に黒鉛板を用いた方がアルミナ板を用いた場合よりもC含有率は総じて多くなっており、またSn含有率が高いものほど浸炭量は減少する傾向がある。原料Fe粉中にはTable 1に示したように、Cは0.0017%含有しているから、アルミナ板上で焼結したFe焼結体には0.007%のCが含有していることになり、これは試料の作製過程の間に不純物として混入したものと思われる。

黒鉛板を用いた場合には、明らかに試料が浸炭されていることがわかる。なお、この場合の浸炭機構については深く検討しなかったが、ただFe焼結体と黒鉛板の接触部においてCの固相拡散によって浸炭されることは明白と思われる。ただし、両固体の接触面は平滑ではなく、点接触に近い部分からCがFe焼結体中へ拡散したものと推定される。後述のFig.1(a)で示すように、C含有率のもっとも高いFe-0.03%C焼結体の光学顕微鏡観察をしたところ、Cの富化相は認められなかった。また焼結は1273Kで18ks行っているので試料中のCの分布は均一になっているものと考えられる。ただし、Wepner⁽¹⁵⁾によるとFe-C合金中のCが0.02%まではC%に対してSnoek peak値が比例的に増大し、0.02%C以上ではほとんど飽和すると報告しているので、Fe-0.03%C焼結体ではFeの炭化物が形成しているも

Table 2 Carbon and nitrogen contents in Fe-C and Fe-C-Sn sintered compacts at 1273K for 18ks on graphite and alumina plates.

	Elements	C and N contents (mass%)		Cg/Ca
		Sintered on graphite plate(Cg)	Sintered on alumina plate(Ca)	
Fe-C	C	301	73	4.1
	N	5	3	—
Fe-C-2mass%Sn	C	135	40	3.4
	N	5	6	—
Fe-C-5mass%Sn	C	36	17	2.1
	N	3	3	—
Fe-C-12mass%Sn	C	26	15	1.7
	N	2	2	—

のと推定される。

ここで焼結体のSn含有率が高いものほどC含有率が減少しているが、これは溶解Fe中のSnはCの活量を増大させ、Cの飽和溶解度を減少させること⁽¹⁶⁾に対応すると見てよい。

なお焼結試料台として、それぞれ黒鉛板および焼結アルミナ板を用いた場合のN分析値もSn含有率の増加に対して減少する傾向は見られるが、いずれも極く微量であった。

ここでは示さなかったが、Fe-C2元系およびFe-C-Sn3元系焼結体の光学顕微鏡観察を行ったところ、成形圧力がすべて一定の245 MPaで圧粉した場合、Sn含有率の大小に応じて、昇温中著しい寸法変化があるにもかかわらず、焼結体では空隙率がほとんど同一とみなすことができた。各焼結体の平均結晶粒径はSn含有率が高くなるにしたがって減少する傾向は見受けられたが、その変化量は僅少であったので、以後結晶粒径は一定と見なした。また Q^{-1} におよぼす空隙率の影響については、同一組成、同一条件のもとで焼結した試料での空隙率は Q^{-1} 値に大きな影響を与えないことが明らかにされているので^(17, 18)、今後空隙率も一定とみなして考察を進める。

Fe-C2元系ならびにSn含有率を0、2、5、12%としたFe-C-Sn3元系焼結体の温度依存性 Q^{-1} をFig.1に示す。なお、これら全ての試料は黒鉛板上で焼結したものである。Fe-0.03%C2元系焼結体に関してはfrが約750Hzであり、後述する(3)式からも推定されるように、この試料の、温度に対する内部摩擦ピーク($Q^{-1}max$)はCによるSnoekピークであると思われる。すなわちNによるSnoekピークであるならば本実験結果のピーク温度(T_p)は約10K低温側に出現するはずであり、またTable 2に示したように、N含有率は極く微量のため、NによるSnoekピークはないものと考えてよい。

一方、Fe-C系にSnを添加した場合の $Q^{-1}max$ は著しく増大し、 T_p はFe-0.03%C焼結体

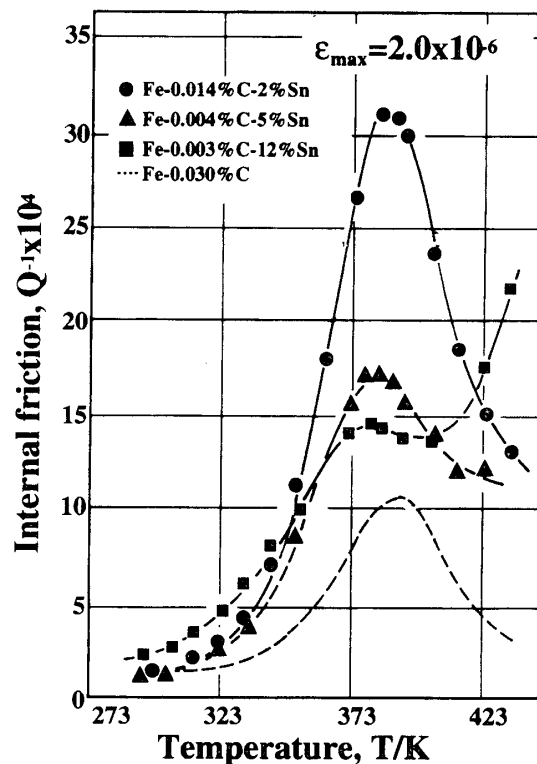


Fig.1 Temperature dependent internal friction of sintered Fe-C and Fe-C-Sn compacts, sintered at 1273K for 18ks.

で391K(fr=750Hz), Fe-0.014%C-2%Sn焼結体で388K(778Hz), Fe-0.004%C-5%Sn焼結体で385K(810Hz), Fe-0.003%C-12%Snで381k(877Hz)とSn含有率の増大と共に低温側へ移動した。

バックグラウンドに相当する Q^{-1} は温度が高くなるにしたがって上昇し、Sn含有率が増すほど傾きが急になる傾向を示したが、温度上昇にともなう Q^{-1} の増加機構については多くの研究報告があり、Puttickら⁽¹⁹⁾は粒界での応力集中によるクリープ現象で説明している。一方、Rotherham⁽²⁰⁾らは、純Cuに対して合金元素を添加した試料の方がバックグラウンドの Q^{-1} は高くなり、粒界での応力集中による粒界移動により説明しているが、明快な結論が得られていないのが現状である。

ところで、本実験ではバックグラウンドの Q^{-1} は温度の上昇にともなって単調に増加することはもとより、Snの添加量が増加するほど Q^{-1} の上昇率は高くなる傾向を示した。

Leak⁽²¹⁾による純Fe(C:0.002%, N:0.001%)に関する粒界緩和ピークと周波数との関係を用いて概算すると、本実験での $\nu=750\text{Hz}$ におけるsolvent peak⁽²²⁾の温度は約930Kに現れるはずであり、本実験で観測された T_p よりはるかに高温側に現れることが予想される。またFe-Sn合金のsolute peak⁽²²⁾があるとするならば、さらに高温側に現れるはずである。したがって本実験により観測されたSn含有率が高いほうがバックグランド Q^{-1} が高い事実は上記緩和ピークの低温側の裾部分に相当するものと思われるが、高温側での Q^{-1} の測定と検討を改めて行い、これを確認する必要がある。

これら一連の結果からFe-C-Sn3元系焼結体の場合、バックグランドの上にCによるSnoekピークが重なっているだけとは考えにくい。なぜならばバックグランドの上にCのSnoekピークが重なっているだけと考えるならば、その傾斜が急になるにしたいが、簡単な数値の加算から T_p は変化しないか、または高温側に移動すると考えられるが、それに反し、本実験では低温側に移動している。また、Table 2で示したように、Sn含有率が増加するほどC含有率が単調に減少しているのに対して、 $Q^{-1}\text{max}$ はC含有率と対応した変化を示していない。このようにSn含有率の増加により、C含有率が減少するにもかかわらず、

$Q^{-1}\text{max}$ の変化が著しいので、Fig.2にSn20%までの範囲内における $Q^{-1}\text{max}$ とSn含有率の関係を示した。

Sn6~7%付近までの $Q^{-1}\text{max}$ はSn含有率に対して連続的に変化し、2%Snで最大となった。それ以上Sn含有率が増すと $Q^{-1}\text{max}$ はSn含有率に対して単調な減少傾向がみられるがバラツキが大きくなる傾向がある。これはFe-Sn2元系平衡状態図によれば⁽²³⁾、室温ではSn6~7%付近まで α 単相であるのに対し、それ以上では α -FeとFeSn金属間化合物の2相共存域に入るため、FeSn相の出現形態により、このようなバラツキが生じたものと推定される。また2%Snで $Q^{-1}\text{max}$ が最大となった原因については、今のところ明らかにすることが出来なかったが、ただ焼結温度1273KにおいてFe-Sn-C系における α 領域のSn固溶量が下限の約2%であることに関係があると推定される⁽²⁴⁾。これは2%Snで引張り強さが最大になることにも関係があると考えられる⁽¹²⁾。

ところで、上述したように、Fig.1および2に示した内部摩擦ピークはCによるSnoekピークだけとは考えにくい。なぜならばSnoekの理論によると^(25,26)、 $Q^{-1}\text{max}$ は次式に示すように、Cの固溶濃度に比例する；

$$Q^{-1}\text{max} = k \cdot c / T_p \quad \cdots (2)$$

ここで、 k : 定数、 c : 炭素の固溶原子濃度、 T_p ; $Q^{-1}\text{max}$ 位置の絶対温度である。

Fe-C-Sn系焼結体中のSnが含有していないものとして、Table 2に示した、Cを含有するFe-C 2元系と見なした場合の $Q^{-1}\text{max}$ を(2)式にしたがって計算し、さらに本実験に用いた内部摩擦測定装置の補正係数(注)を考慮した結果をFig.2中に●印で示す。

(注)本実験の焼結条件と全く同一の熱処理を加えたFe-0.005%C溶解圧延材に関して、式(2)から計算により求めた Q^{-1} 値と本実験から求めた Q^{-1} 値を比較することにより補正係

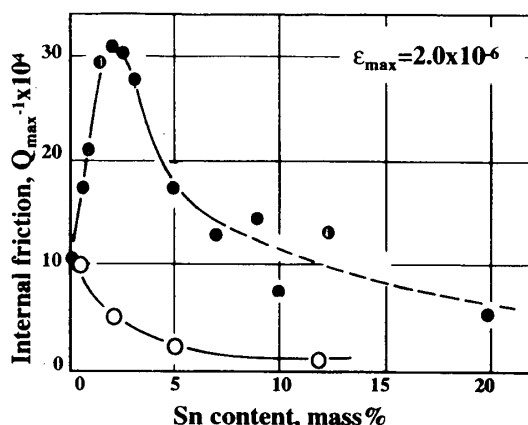


Fig.2 Relation between peak values of internal friction and Sn contents for sintered Fe-C-Sn compacts, sintered at 1273K for 18ks.

数を決定した。

図から明らかなように、Fe-C 2元系と見なした場合のSnoekピーク値はわずかであり、実測されたFe-C-Sn 3元系焼結体の $Q^{-1}max$ がSn添加により大きく影響を受けていることを示している。

したがって、以上述べたように、SnおよびCが共存する場合にのみ、高い $Q^{-1}max$ が出現するのかどうかについて、C量を極力少なくしたFe-0.007%CおよびFe-0.004%C-2% Sn系焼結体の温度依存性 Q^{-1} を測定し、その結果をそれぞれFig. 3およびFig. 4に示す。なおこれらの試料については3種類のfrについて温度依存性 $Q^{-1}max$ を測定した。

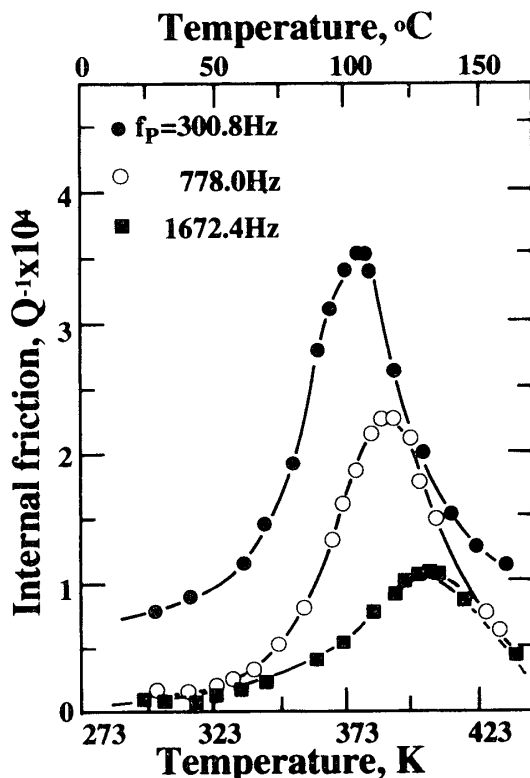


Fig.3 Temperature dependent internal friction of sintered Fe-0.007%C compacts at various resonant frequency, sintered at 1273K for 18ks.

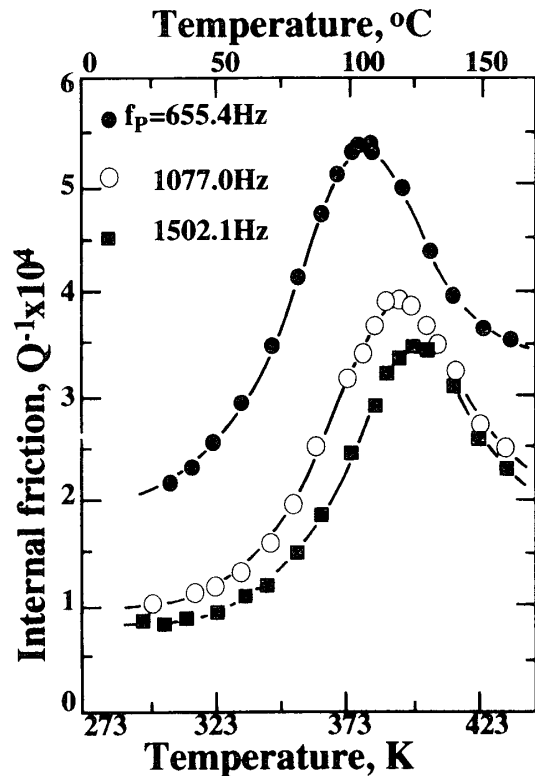


Fig.4 Temperature dependent internal friction of sintered Fe-0.004%C-2%Sn compacts at various resonant frequency, sintered at 1273K for 18ks.

まずFig. 3に示したFe-0.007%C焼結体についてみると、 $Q^{-1}max$ はfrが高くなるにしたがって高温側に移動しており、frが300.8 Hz、778.0 Hzおよび1672.4 Hzの場合に $Q^{-1}max$ を示す温度はそれぞれ373K、391K、405Kとなり、Thomasらが報告したfrと T_p との関係式⁽²⁷⁾

$$14.35 - \log fr = 4450/T_p \quad \dots (3)$$

から求めた計算による $T_p = 375K$ (300.8 Hz)、388K (778.0 Hz) および 400K (1672.4 Hz) にかなり良く一致する。

一方、Fig. 1に示したFe-0.03%C焼結体とFe-0.007%C焼結体の $Q^{-1}max$ とC含有率との関係は、(2)式により、C含有率と計算によって求めた $Q^{-1}max$ の関係とよく対応している。

Fe-0.004%-2% Sn焼結体に関する Q^{-1}

maxと温度の関係はFig. 4に示した通りである。この場合にもfrを655.4Hz、1077.0Hzおよび1502.1Hzの3種類に変えてある。

Tpはこの場合にもfrが高くなるほど、高温側に移動する。すなわち、Tp=377K(fr=655.4Hz)、393K(1077.0Hz)、401K(1502.1Hz)の順になり、しかもその高さは低下する傾向を示す。

Fig. 3に示したFe-0.007%C焼結体の Q^{-1}_{\max} (fr=778.0Hz)に対してFig. 4に示したFe-0.004%C-2%Sn焼結体の Q^{-1}_{\max} (fr=665Hz)は、約2.5倍高く、Fe中のCによる Q^{-1}_{\max} はSnの添加により強められたことになる。

ここで、上に述べた Q^{-1}_{\max} の発生原因を調べるために、下記のピーク形状を示す式⁽²⁷⁾

$$\begin{aligned} Q^{-1}_x / Q^{-1}_{\max} \\ = \operatorname{sech}\{H/R(1/T_x - 1/T_o)\} \\ \dots\dots\dots (4) \end{aligned}$$

からピークの活性化エネルギーを求めた。ただし、(4)式で Q^{-1}_x および Q^{-1}_{\max} ;それぞれ任意温度(Tp、K)における Q^{-1} 、H：活性化エネルギー、R：気体定数である。

Fig. 5はFe-0.007%C2元系焼結体に関する、frを変えた場合の Q^{-1}_x / Q^{-1}_{\max} と温度との関係を示し、Fig. 6はFe-0.004%C-2%Sn3元系焼結体に関する同様の結果を示してある。

これら2種類の焼結体について、それぞれのfrを変え、Tpの変化からHを求めた。

Fig. 7にはfrの対数値と絶対温度の逆数との関係を示し、直線の勾配から求めたHの値を同時に示してある。Fe-0.007%C焼結体においては83.3kJ/molとWert⁽²⁸⁾による α -Fe中のCのSnoekピークの活性化エネルギーである83.1kJ/molに非常に近い値となった。一方、Fe-0.004%C-2%Sn焼結体においては45.6kJ/molと低い値となった。

Fe-Sn系合金の緩和機構に関して、石田ら⁽²⁹⁾は、Fe(99.99%)中におけるSn粒界拡散のHを42.3kJ/molと報告している。また、

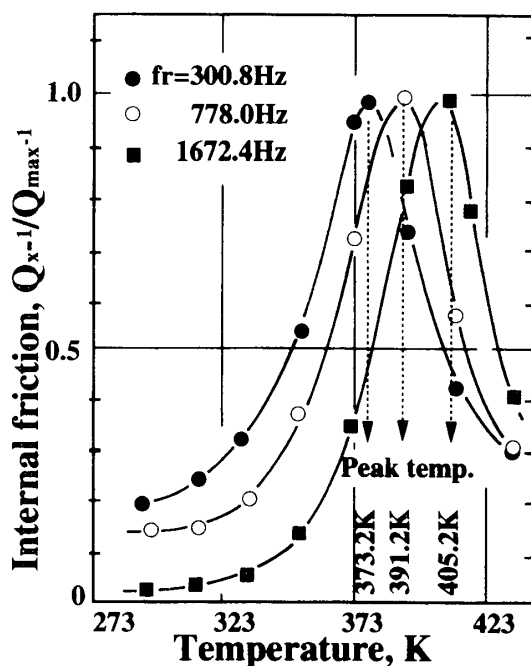


Fig.5 Temperature dependence of internal friction (Q_x^{-1}/Q_{\max}^{-1}) for sintered Fe-0.007%C compacts at various resonant frequency, sintered at 1273K for 18ks.

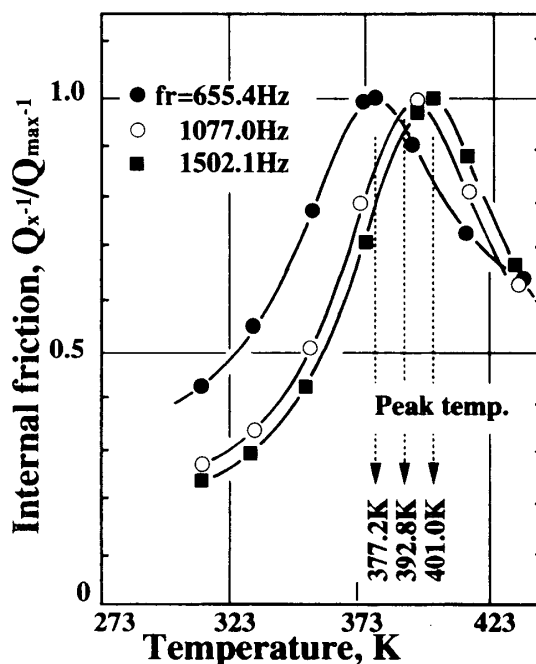


Fig.6 Temperature dependence of internal friction (Q_x^{-1}/Q_{\max}^{-1}) for sintered Fe-0.004%C-2%Sn compacts at various resonant frequency, sintered at 1273K for 18ks.

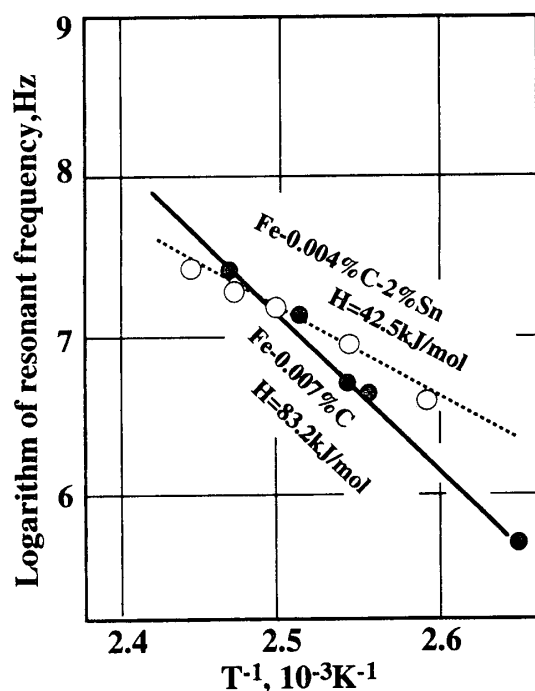


Fig.7 Relation between logarithm of resonant frequency and reciprocal absolute temperature for sintered Fe-0.007% and Fe-0.004%C-2%Sn compacts, sintered at 1273K FOR 18ka.

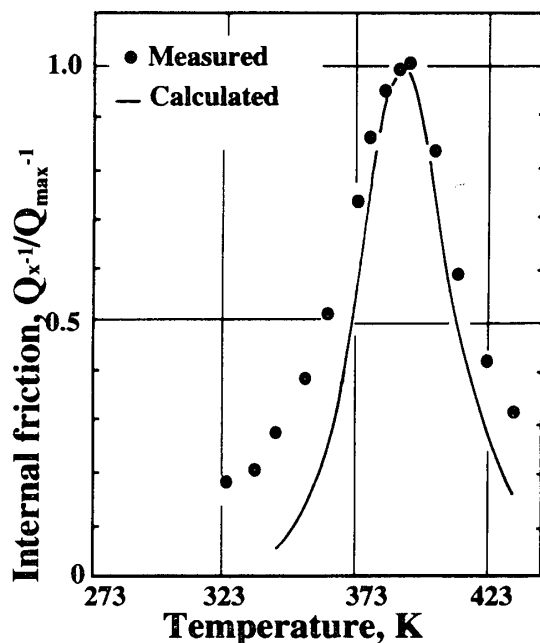


Fig.8 Comparison of experimental and calculated values of temperature dependent internal friction ratio (Q_x^{-1}/Q_{\max}^{-1}) for sintered Fe-0.007%C compacts, sintered at 1273K for 18ks.

Boasら⁽³⁰⁾はSn中における自己拡散のHは24.7kJ/mol(a軸方向)、および43.5kJ/mol(c軸

方向)と報告している。一方、Rotherhamら⁽³¹⁾は多結晶Snについてfrが300Hzと800Hzでの実験で、 $Q^{-1}_{\max}(H=79.5 \pm 10.5 \text{ kJ/mol})$: 粒界すべり緩和としている)が現れる温度は約350Kと報告している。

本実験において、Fe-C2元系焼結体における Q^{-1} 測定値と、 α -Fe中でのCの拡散係数 $2.0 \times 10^{-6} \text{ m}^2/\text{s}$ とその $H=84.1 \text{ kJ/mol}$ ⁽²⁸⁾から温度依存性内部摩擦曲線の形状を求めた計算値とを比較すると、Fig. 8のようになる(fr=778Hz)。計算値に比べ実験値はピーク両側に少し広がっているが、比較的に両者はよく一致する。

Fe-2%Sn(-0.004%C)焼結体において、石田らの実験から求めたFe中のSnの粒界拡散係数 $2.0 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ とその $H=42.3 \text{ kJ/mol}$ ⁽²⁹⁾から求めた計算値と実験値を比較すると、Fig. 9のようになった(fr=1077Hz)。この場合、計算値と実験値は非常によい一致を示している。

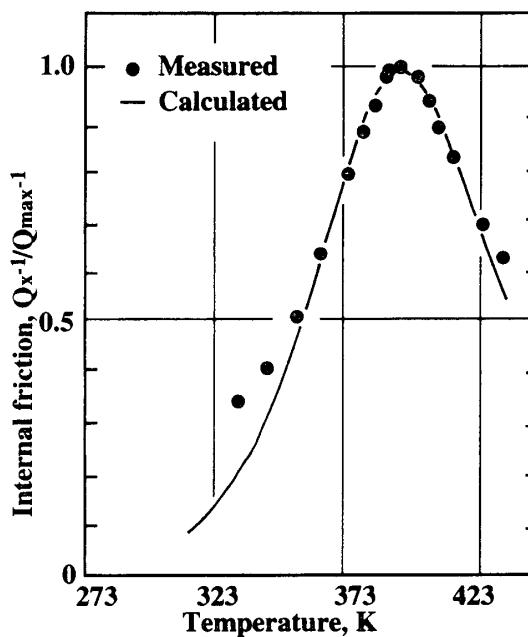


Fig.9 Comparison of experimental and calculated values of temperature dependent internal friction ratio (Q_x^{-1}/Q_{\max}^{-1}) for sintered Fe-0.004%C-2%Sn compacts, sintered at 1273K for 18ks.

ここで、すでに述べてきたように、約380 K(~ 750 Hz)での Q^{-1} maxはCによるSnoekピークの他にSnがなんらかの機構、例えば拡散などによる緩和に寄与していることは明らかである。

まずFe中Snの粒界拡散に起因した緩和に付いて検討すると、Leak⁽²¹⁾は純Feについて種々低周波数での Q^{-1} の温度依存性を測定しているので、本実験の測定周波数域である約750Hzに外挿した場合、Feの粒界緩和ピークは約780K(粒度； ~ 20 個/mm)と概算される。一般にsolvent peakはsolute peakより低温側に現れるので、⁽²²⁾本実験で測定された390 K付近のピークはFeの粒界緩和(またはsolvent peak)によるものとは見なしがたい。したがって他に考えられる原因としては、粒界に析出したSnの拡散が関与した緩和の可能性が高いが、本実験ではそれを確認するまでには到らなかった。ただし、これを裏づける根拠として、上ですでに述べたように、Fe-C-Sn3元系焼結体に現れるピークの活性化エネルギー値は石田⁽²⁹⁾らが報告した α -Fe中Snの粒界拡散の活性化エネルギー値に比較的によく一致すること、ならびにBoasら⁽³⁰⁾が報告した純Snの自己拡散の活性化エネルギー値に比較的良好に一致することがあげられる。またRotherham⁽³¹⁾によるSnの粒界緩和エネルギー値は本実験で得られた値より約2倍高い値になるが、その T_p は $\nu = 300,800$ Hzで約350Kに現れることを報告しており、これらを総合した上で、さらに実験と検討を加えることにより、本合金系の緩和の機構が解明できるものと考えられ、今後さらに実験と検討を進める予定である。また今回はSn2%の場合についてのみの緩和の活性化エネルギーを検討したが、その濃度依存性に付いても改めて検討する予定である。

4 結 言

Fe-C系焼結体について室温から433Kまでの範囲内における、温度依存性内部摩擦に及ぼすSn添加の影響について実験と検討を行った。C量は最高0.030mass%であり、Sn量は最高20mass%までとした。焼結は、精製水素気流中、1273Kで18ks行った。得られた主な結果は次の通りである；

(1)Fe-C およびFe-C-Sn系焼結体中のC含有量を変化させる目的で、焼結試料台に黒鉛板および焼結アルミナ板を用いたが、Fe-C2元系において、黒鉛板を用いた場合のC含有率は焼結アルミナ板を用いた場合に対して、約4倍であった。この比率は第3元素のSn含有率が増加するほど減少した。なお上記焼結試料台を用いた場合、いずれについても、Sn含有率が増加するほどC含有率は逆に減少した。

(2)Fe-C2元系焼結体の温度依存性内部摩擦にはC含有率に応じた典型的なSnoekピークが観察されたが、このピーク値はSn2mass%までSn添加率の増加と共に著しく増大し、それ以上ではSn添加率の増加と共に漸減した。

(3)Fe-0.007%C2元系およびFe-0.004%C-2%Sn3元系焼結体について共振数波数を変えた場合のピーク温度の変化から活性化エネルギーを求めた結果、Fe-C2元系の場合には83.3 kJ/molとなり、従来報告されている α -Fe中のCの拡散による緩和の活性化エネルギー値⁽¹⁶⁾によく一致した。一方、Fe-C-Sn3元系においては、同様に活性化エネルギーを求めた結果、45.6kJ/molとなり、Fe中Snの粒界拡散の活性化エネルギー値⁽²⁷⁾によく一致し、またSnの自己拡散活性化エネルギー値⁽²⁸⁾に比較的によく一致する。従ってこの結果より、Fe-C-Sn3元系焼結体に現れる内部摩擦ピークは、Cの拡散、ならびにSnの拡散による緩和が複合して現れたのと考えられる。

文 献

- (1) 吉川昌範、串田丈夫：粉体及び粉末冶金、25(1978),7.
- (2) 三浦秀士、伊藤嘉朗、徳永洋一：粉体及び粉末冶金、29(1982),18.
- (3) 西山勝廣、諏訪部広久、伊地山昇：粉体及び粉末冶金、27(1980),201.
- (4) K. Suzuki, T. Fujita and M. Hasebe : Powder Metall., 20(1977),205.
- (5) H. Miura and Y. Tokunaga : Powder Metall. Intern., 15(1983),183.
- (6) 吉川昌範、串田丈夫：粉体および粉末冶金、25(1978),127.
- (7) B. Ya. Pines and Den Ge-Sen : Ed. by B. N. Finkel'shtein, Relaxation Phenomena in Metals and Alloys, Consultants, New York, (1963), P.222.
- (8) 横田 勝、森口秀樹、高瀬 朗、庄司啓一朗：粉体および粉末冶金、34(1987),123.
- (9) 横田 勝、高瀬 朗、永井 宏、庄司啓一朗：粉体および粉末冶金、35(1988),725.
- (10) 横田 勝、高瀬 朗、永井 宏、庄司啓一朗：粉体および粉末冶金、36(1989), (8号、掲載予定)
- (11) 横田 勝、大谷光平、森口秀樹、高瀬 朗、永井 宏、庄司啓一朗：粉体および粉末冶金、(投稿中)
- (12) R. Duckett and D. A. Robins : Metallurgia, 74(1966),163.
- (13) 河野 通：粉体及び粉末冶金、25(1978),13.
- (14) J. P. Den Hartog : Mechanical Vibrations, MacGraw-Hill, Book Company, Inc., (1947), p.185.
- (15) W. Wepner: Arch. fur Eisenhuttw., 27(1956),55.
- (16) 大谷正康：鉄冶金熱力学、日刊工業新聞社、(1981), P121.
- (17) S. J. Sanderson and P. E. Evans : Modern Developments in Powder Metallurgy, vol.7(1974), p.519.
- (18) H. Clarke : Modern Developments in Powder Metallurgy, vol.11 (1977), p385.
- (19) K. E. Puttick and R. King : unpublished, appeared in ref.(28)
- (20) L. Rotherham and S. Perspn : J. Metals, 8(1956),881.
- (21) G. M. Leak : Proc. Phys. Soc., 78(1961),1520.
- (22) 日本金属学会編：転位論—その金属学への応用—、丸善、(1971), p.422.
- (23) B. Predel and M. Fredel : Metall. Trans., 4(1973),243
- (24) C. J. Thwaites and S. K. Chatterjee : J. Iron and Steel Inst., 210(1972), 581.
- (25) J. L. Snoek : Physica, 6(1939),591.
- (26) J. L. Snoek : Physica, 8(1941),711.
- (27) W. R. Thomas and G. W. Leak : Philos. Mag., 45(1954),656.
- (28) C. A. Wert : J. Metals., 2(1950),1243.
- (29) 斎藤秀雄、石田洋一：生産研究、30(1978),7.
- (30) W. Boas : Nature, 164(1949),1127.
- (31) L. Rotherham, A. D. N. Smith and G. B. Greenough : J. Inst. Metals, 79(1951),439.

Developments of new materials for arts and crafts by powder metallurgy

—Influence of Sn addition on the internal
friction of Fe-C sintered alloys—

Masaru YOKOTA, Akira TAKASE* and Hiroshi NAGAI**

(Received June 28, 1996)

ABSTRACT

Influence of Sn addition up to 20 mass% on the internal friction (Q^{-1}) of Fe-C sintered alloys containing from 0.003 to 0.030 mass %C was investigated.

Results obtained were as follows;

(1) Typical Snoek peak was observed for the Fe-C samples on the temperature dependent Q^{-1} curves. The height of this peak increased with Sn addition up to 2 mass%, over this Sn content, decreased inversely with Sn addition, inspite of the monotonous decrease of C content.

(2) Activation energies (H) of relaxation corresponding to the above peaks were obtained for the Fe-0.007mass%C and Fe-0.004%C-Sn samples from the relations between resonant frequencies and peak temperatures. H for Fe-0.007%C sample was 83.3 kJ/mol, in good agreement with that after C. A. Wert i.e., relaxation of C diffusion in α -Fe. Whereas, H for Fe-0.004%C-2%Sn sample was 45.6 kJ/mol. This value was in good agreement with that of grain boundary diffusion of Sn in α -Fe after H. Saito et al and that of self diffusion of Sn after W. Boas et al. Accordingly, higher Q^{-1} peak appeared in the Fe-C-Sn samples originates in the complex relaxation of interstitial diffusion of C and some kind of diffusion of Sn.

KEY WORDS

Fe-C sintered alloy, Fe-C-Sn sintered alloy, Temperature dependent internal friction, Snoek peak of carbon, Diffusion relaxation peak of Sn, Complex relaxation of C and Sn diffusion.

* Graduate Student, Osaka University; Present, NKK Central Institute.

** Osaka University